

⑬ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 3321 180 A 1**

⑳ Aktenzeichen: P 33 21 180.9
㉑ Anmeldetag: 11. 6. 83
㉒ Offenlegungstag: 13. 12. 84

㉓ Int. Cl. 3:
C 09 D 3/66
C 09 D 5/02
C 09 D 5/38
B 05 D 7/16
B 05 D 5/06

㉔ Anmelder:
Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

㉕ Erfinder:
Traenckner, Hans-Joachim, Dipl.-Chem. Dr., 4150
Krefeld, DE; Kremer, Wolfgang, 4173 Kerken, DE;
Küchenmeister, Rolf, Dipl.-Chem. Dr., 4150 Krefeld,
DE; Weider, Franz, Dipl.-Chem. Dr., 5090
Leverkusen, DE

㉖ **Verfahren zur Herstellung von wäßrigen Dispersionen und deren Verwendung zur Herstellung von Metalleffektlackierungen**

Ein Verfahren, wonach man Bindemittel, Pigmente, Aluminiumbronze und gegebenenfalls weitere Hilfsmittel zu einer Mischung vereinigt, die maximal 30% organisches Lösungsmittel enthält, und diese Mischung in Gegenwart eines Emulgators zu einer wäßrigen Dispersion verarbeitet, führt zu Lacken, die sich hervorragend als Basislack für Zweischicht-Metalleffekt-Lackierungen eignen.

DE 3321 180 A 1

DE 3321 180 A 1

Patentansprüche

1.)

Verfahren zur Herstellung eines wäßrigen Metall-
effekt-Basislacks aus

5 A) 10-30 Gew.-Teilen ölfreiem Polyester, Alkyd-
harz und/oder Polyacrylatharz einer Säurezahl
von höchstens 15,

B) 2,5-15 Gew.-Teilen wasserlösliches Aminoplast-
harz,

C) 2-10 Gew.-Teilen Aluminiumbronze,

10

D) 0,1-5 Gew.-Teilen Emulgator,

E) 0-10 Gew.-Teilen Celluloseester,

F) organischem Lösungsmittel und gegebenenfalls

G) weiteren Hilfsmitteln,

dadurch gekennzeichnet, daß man

15

I. zuerst die Komponenten A-C, gegebenenfalls D,
gegebenenfalls E und so viel F und gegebenen-
falls G miteinander mischt, daß diese Mischung
weniger als 30 Gew.-% F und weniger als 20 Gew.-%
Wasser enthält, und

11.05.83

2

3321180

- 21 -

- 5 II. anschließend diese Mischung, gegebenenfalls mit
 D (falls nicht bereits im Schritt I zugegeben)
 und mit so viel Wasser, daß sich die Kom-
 ponenten A-G zusammen mit dem Wasser auf
 100 Gew.-Teile ergänzen, zu einer Dispersion
 verarbeitet.
2. Verwendung nach Verfahren gemäß Anspruch 1 herge-
 stellter Dispersionen zur Herstellung von Metall-
 effekt-Zweischicht-Lackierungen.

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

5090 Leverkusen, Bayerwerk

Zentralbereich

Patente, Marken und Lizenzen Pv/by-c

10. Juni 1983

Verfahren zur Herstellung von wäßrigen Dispersionen
und deren Verwendung zur Herstellung von Metall-
effektlackierungen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung
wäßriger Dispersionen auf Basis eines wasserunlös-
lichen Polyesters, Alkydharzes oder Polyacrylatharzes,
Aluminiumbronze und gegebenenfalls eines Cellulose-
5 esters sowie die Verwendung dieser Dispersionen zur
Herstellung von Metalleffektlackierungen.

Metalleffektlackierungen erfreuen sich großer Belieb-
theit, insbesondere bei den Käufern von Kraftfahrzeugen.
Zur Beschichtung bedient man sich dabei vornehmlich des
10 Zweischicht-Naß-in-Naß-Lackierverfahrens, wobei zu-
nächst ein pigmentierter, Aluminiumbronze enthaltender
Basislack aufgespritzt wird, der nach kurzer Zwischen-
ablüftung ohne zwischenzeitliches Einbrennen mit einem
Klarlack überspritzt wird. Beide Schichten werden an-
15 schließend gemeinsam eingebrannt. Dieses Zweischicht-
Lackierverfahren vereinigt Produktionssicherheit mit

hoher technischer Qualität der erhaltenen Lackierungen. Im Hinblick auf Umweltschutz und Rohstoffkosten ist es erwünscht, die Lacke in Form wäßriger Dispersionen einzusetzen.

- 5 Hauptproblem der Metalleffekt-Zweischicht-Lackierung bei Verwendung wäßriger Dispersionen ist der Umstand, daß sich an der Grenzfläche beider Schichten eine bindemittelarme Zone ausbildet, die zu einer verminderten Haftung des Klarlacks auf dem Basislack führt.
- 10 Zu beachten ist weiterhin, daß zur Lösung des erfindungsgemäßen Problems nur solche Maßnahmen tauglich erscheinen, die ohne allzu hohe Scherenergie auskommen, da andernfalls die blättchenförmige Aluminiumbronze teilweise zerstört werden und der
- 15 erreichbare Metalleffekt leiden würde.

- Aus der europäischen Patentanmeldung 38 127 sind wäßrige Basislacke für Metalleffekt-Zweischicht-Lackierungen auf der Grundlage eines teilvernetzten polymeren Mikrogels bekannt, das pseudoplastischen
- 20 oder thixotropen Charakter besitzt. Die europäische Patentanmeldung 69 936 betrifft ein Verfahren zur Herstellung wäßriger Dispersionen, die als Basislacke für Metalleffekt-Zweischicht-Lackierungen verwendet werden können, wobei ungesättigte Verbindungen
- 25 in Gegenwart von Celluloseester polymerisiert werden. Beide Anmeldungen können jedoch die oben geschilderte Aufgabe nicht lösen.

Überraschenderweise führt ein Verfahren zum Ziel, wonach man Bindemittel, Pigment, Aluminiumbronze und gegebenenfalls weitere Hilfsmittel zu einer Mischung vereinigt, die maximal 30 Gew.-% organisches Lösungsmittel enthält, und die entstandene Mischung in Gegenwart eines Emulgators zu einer wäßrigen Dispersion verarbeitet. Man erhält auf diese Weise einen unmittelbar applizierbaren wäßrigen Metalleffekt-Basislack für die Zweischicht-Lackierung. Daraus hergestellte Basislackierungen zeigen hervorragende Zwischenschichthaftung zum Klarlack und einen Metalleffekt, der beim Naß-in-Naß-Auftrag des Klarlacks störungsfrei erhalten bleibt.

Gegenstand der Erfindung ist also ein Verfahren zur Herstellung eines wäßrigen Metalleffekt-Basislacks aus

- A) 10-30 Gew.-Teilen ölfreiem Polyester, Alkydharz und/oder Polyacrylatharz einer Säurezahl von höchstens 15, vorzugsweise von höchstens 8,
- B) 2,5-15 Gew.-Teilen wasserlösliches Aminoplastharz,
- 20 C) 2-10 Gew.-Teilen Aluminiumbronze,
- D) 0,1-5 Gew.-Teilen Emulgator,
- E) 0-10 Gew.-Teilen Celluloseester,

F) organischem Lösungsmittel und gegebenenfalls

G) weiteren Hilfsmitteln,

dadurch gekennzeichnet, daß man

5 I. zuerst die Komponenten A-C, gegebenenfalls D, gegebenenfalls E und so viel F und gegebenenfalls G miteinander mischt, daß diese Mischung weniger als 30 Gew.-% F und weniger als 20 Gew.-% Wasser enthält, und

10 II. anschließend diese Mischung gegebenenfalls mit D (falls nicht bereits in Schritt I zugegeben) und mit so viel Wasser, daß sich die Komponenten A-G zusammen mit dem Wasser auf 100 Gew.-Teile ergänzen, zu einer Dispersion verarbeitet.

15 Weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von derart hergestellten Dispersionen zur Herstellung von Metalleffekt-Zweischicht-Lackierungen.

20 Bevorzugte ölfreie Polyester und Alkydharze A) sind solche, die man durch Polykondensation nach bekannten Verfahren aus Alkoholen und Carbonsäuren herstellen kann, wie sie z.B. in Römpp's Chemielexikon, Bd. 1, S. 202, Frankh'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart, 1966 definiert oder bei D.H. Solomon, The Chemistry of Organic Filmformers, S. 75-101, John Wiley & Sons Inc., New York, 1967 sowie in H. Wagner und H.F. Sarx, 25 Lackkunstharze, Carl Hanser Verlag, München 1971, S. 96-113, beschrieben sind.

Unter "Alkydharzen" werden in dieser Anmeldung fett-säure- und ölmodifizierte Polyester verstanden.

Für die Synthese der Polyester bzw. Alkydharze A bevorzugte Säurekomponenten sind aliphatische, cyclo-
5 aliphatische gesättigte oder ungesättigte und/oder
aromatische mehrbasische Carbonsäuren, vorzugsweise
Di-, Tri- und Tetracarbonsäuren, mit 2 bis 14, vor-
zugsweise 4 bis 12 C-Atomen pro Molekül oder deren
veresterungsfähige Derivate (z.B. Anhydride oder
10 Ester), z.B. Phthalsäureanhydrid, Isophthalsäure,
Terephthalsäure, Tetrahydro- und Hexahydrophthal-
säureanhydrid, Endomethylen-tetrahydrophthalsäure,
Bernsteinsäure, Glutarsäure, Sebacinsäure, Azelain-
säure, Trimellithsäure und Trimellithsäureanhydrid,
15 Pyromellithsäureanhydrid, Fumarsäure und Maleinsäure.
Phthalsäureanhydrid ist die gebräuchlichste Säure-
komponente. Die Polyester bzw. Alkydharze A sollen
nicht mehr als 20 Mol-%, bezogen auf die einkon-
densierten Polycarbonsäurereste, Fumar- und Malein-
20 säurereste enthalten.

Für die Synthese der Polyester bzw. Alkydharze A be-
vorzugte Alkohole sind aliphatische, cycloalipha-
tische und/oder araliphatische Alkohole mit 1-15,
vorzugsweise 2-6 C-Atomen, und 1-6, vorzugsweise 1-4,
25 an nicht-aromatische C-Atome gebundenen OH-Gruppen pro
Molekül, z.B. Glykole wie Ethylenglykol, Propandiol-
1,2 und -1,3, Butandiol-1,2, -1,3, und -1,4, 2-Ethyl-

- propandiol-1,3, 2-Ethylhexandiol-1,3, Neopentylglykol, 2,2-Trimethylpentandiol-1,3, Hexandiol-1,6, Cyclohexandiol-1,2 und -1,4, 1,2- und 1,4-Bis-(hydroxymethyl)-cyclohexan, Adipinsäure-bis-(ethylenglykolester);
- 5 Etheralkohole wie Di- und Triethylenglykol, Dipropylenglykol; oxalkylierte Bisphenole mit zwei C_2-C_3 -Oxalkylgruppen pro Molekül, perhydrierte Bisphenole; Butantriol-1,2,4, Hexantriol-1,2,6, Trimethylolethan, Trimethylolpropan, Trimethylolhexan, Glycerin, Pentaerythrit,
- 10 Dipentaerythrit, Mannit und Sorbit; kettenabbrechende einwertige Alkohole mit 1 bis 8 Kohlenstoffatomen wie Propanol, Butanol, Cyclohexanol und Benzylalkohol. Die gebräuchlichsten Alkohole sind Glycerin, Trimethylolpropan, Neopentylglykol und Pentaerythrit.
- 15

- Für die Herstellung der Polyester bzw. Alkydharze A bevorzugte Monocarbonsäuren sind aliphatische, cycloaliphatische gesättigte und ungesättigte und/oder aromatische Monocarbonsäuren mit 3-24 C-Atomen pro
- 20 Molekül wie Benzoesäure, p-tert.-Butylbenzoesäure, Tolylsäure, Hexahydrobenzoesäure, Abietinsäure und Milchsäure.

- Die Alkydharze bzw. Polyester A können auch einwertige Alkohole wie Methanol, Propanol, Cyclohexanol,
- 25 2-Ethylhexanol, Benzylalkohol in Mengen bis zu 15 Gew.-%, bezogen auf Alkydharze bzw. Polyester A, ein-kondensiert enthalten. Ebenso ist es möglich, bis zu 25 % der Esterbindungen durch Urethanbindungen zu ersetzen.

Die in den Rahmen der Erfindung fallenden Alkydharze bzw. Polyester sind wasserunlösliche, schmelzbare Massen, welche ohne weitere Zusätze nicht in der wäßrigen Phase verteilbar sind. Es ist deswegen nicht erwünscht, Polyalkylenoxide, sogenannte Polywachse, als mehrwertige Alkohole zur Synthese von Komponente A zu verwenden, da derartige Bestandteile das Harz hydrophil machen, was sich in geringer Wasserbeständigkeit des gehärteten Produktes auswirkt.

- 10 In den Alkydharzen A beträgt die Öllänge, berechnet als Triglycerid und bezogen auf das Alkydharz, in der Regel 5 bis 50, vorzugsweise 20 bis 40 Gew.-%. Die trocknenden oder nichttrocknenden Fettsäuren die im allgemeinen 6 bis 24 C-Atome enthalten, können entweder als solche oder in Form ihrer Glycerinester (Triglyceride) eingesetzt werden.

- Als bevorzugt sind pflanzliche und tierische Öle, Fette oder Fettsäuren zu nennen, wie z.B. Kokos-, Erdnuß-, Ricinus-, Holz-, Oliven-, Sojabohnen-, Lein-, Baumwollsaatöl, Saffloröl oder -ölfettsäuren, dehydratisiertes Ricinusöl bzw. -fettsäure, einfach ungesättigte Fettsäuren, Schmalz, Talg und Trane, Tallölfettsäure sowie synthetische Fettsäuren, die durch Konjugierung oder Isomerisierung aus natürlichen ungesättigten Ölen oder Fettsäuren hergestellt sein können. Bevorzugte gesättigte Fettsäuren sind z.B. Kokosölfettsäuren, α -Ethylhexansäure, Isononansäure (3,4,4-Trimethylhexansäure) sowie Palmitin- und

11.05.83

3321180

10

- 8 -

Stearinsäure und synthetische gesättigte verzweigte Fettsäuren.

- Das als Zahlenmittel bestimmte Molekulargewicht der Polyester bzw. Alkydharze A beträgt 2000 - 10.000
- 5 (bis zu Molekulargewichten von 5000 dampfdruckosmometrisch bestimmt in Dioxan und Aceton, wobei bei differierenden Werten der niedrigere Wert als korrekt angesehen wird; bei Molekulargewichten über 5000 membranosmometrisch in Aceton bestimmt).
- 10 Bevorzugte Polyacrylatharze A erhält man durch Copolymerisation von Vinyl- bzw. Vinylidenmonomeren, wie z.B. Styrol, α -Methylstyrol, o- bzw. p-Chlorstyrol, o-, m- oder p-Methylstyrol, p-tert.-Butylstyrol, (Meth-) Acrylsäure, (Meth-) Acrylnitril, Acryl- und Methacryl-
- 15 säurealkylester mit 1 bis 8 C-Atomen in der Alkoholkomponente, beispielsweise Ethylacrylat, Methylacrylat, n- bzw. iso-Propylacrylat, n-Butylacrylat, 2-Ethylhexylacrylat, 2-Ethylhexylmethacrylat, Isooctylacrylat, tert.-Butylacrylat, Methylmethacrylat,
- 20 Ethylmethacrylat, n- bzw. iso-Propylmethacrylat, Butylmethacrylat, Isooctylmethacrylat und gegebenenfalls Mischungen derselben; Hydroxyalkyl(meth)acrylate mit 2-4 C-Atomen in der Alkylgruppe, z.B. 2-Hydroxyethyl(meth)-acrylat, 2-Hydroxypropyl(meth)-acrylat, 4-Hy-
- 25 droxybutyl(meth)-acrylat; Trimethylolpropanmono(meth)-acrylat, Pentaerythritmono(meth)-acrylat, Diester der Fumarsäure, Itaconsäure, Maleinsäure mit 4-8 Kohlenstoffatomen in der Alkoholkomponente; Acrylnitril,

(Meth)acrylsäureamid, Vinylester von Alkanmonocarbonsäuren mit 2-5 Kohlenstoffatomen wie Vinylacetat oder Vinylpropionat oder Mischungen der genannten Monomeren, N-Methoxymethyl(meth)acrylsäureamid.

- 5 Bevorzugte Monomere sind Styrol und (Meth)Acrylsäurealkylester mit 1-8 C-Atomen in der Alkoholkomponente und deren Mischungen.

- 10 Die Polyacrylatharze A besitzen mittlere Molekulargewichte \bar{M}_n von 1000-20 000, wobei die Molekulargewichte wie oben für die Polyester bzw. Alkydharze A beschrieben, bestimmt werden können.

- 15 Die Monomeren werden im wesentlichen in den gleichen Verhältnissen, wie sie zur Polymerisation eingesetzt sind, in das Copolymerisat A eingebaut, wobei die einpolymerisierten Einheiten im wesentlichen statistisch verteilt sind.

- 20 Wasserlösliche Aminoplastharze B im Sinne der Erfindung sind gegebenenfalls modifizierte und plastifizierte Harnstoffharze, Melaminharze sowie Guanamin- und Sulfonamidharze. Es handelt sich dabei jeweils um Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit Harnstoff, Melamin, Guanamin und Sulfonamid, die üblicherweise im alkalischen Medium hergestellt werden.

- 25 Bevorzugte Emulgatoren D sind in Ullmann's Encyclopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 10,

449-473, Verlag Chemie, Weinheim 1975, und in Mc Cutcheon's "Detergents & Emulsifiers", Mc Cutcheon Division, Mc Publishing Co., Glen Rock, N.J. (1979) beschrieben.

- 5 Besonders bevorzugte Emulgatoren D sind anionenaktive Emulgatoren, die sich von nicht-ionogenen Tensiden ableiten; also vorzugsweise Carboxylate, Sulfonate, Sulfate, Phosphate, Phosphite und Phosphonate, die aus oberflächenaktiven Alkyl-, Aryl-, Acyl-, Alkaryl-
10 polyglykolethern, acylierten bzw. alkylierten Alkanolaminpolyglykolether hergestellt werden, wobei unter "Polyglykolether" insbesondere Polyethylenglykole, Polypropylenglykole und Poly(ethylen/propylen)-glykole mit mittleren Molekulargewichten \bar{M}_n von 500 bis 3000
15 verstanden werden.

- So können die oberflächenaktiven nicht-ionigenen Tenside nach literaturbekannten Verfahren (Dr. K. Lindner, Tenside, Textilhilfsmittel, Waschrohstoffe, Wissenschaftl. Verlagsgesellschaft, Stuttgart 1964), z.B.
20 durch Umsetzung mit α -Halogencarbonsäuren zu Carboxylaten, mit Schwefelsäure oder Chlorsulfonsäure zu Sulfaten, mit Phosphoroxiden, Phosphorhalogeniden oder Phosphorsäure zu Phosphiten oder Phosphaten, durch
Umsetzung mit Epichlorhydrin und anschließende Reaktion
25 mit Natriumhydrogensulfit, durch Umsetzung mit Sulfonen, durch Umsetzung mit Isäthionsäure oder Chlorethansulfonsäure oder durch Umsetzung mit Maleinsäurean-

hydrid und anschließende Natriumhydrogensulfitaddition zu Sulfonaten oder durch Umsetzung mit Phosphonocarbonsäuren zu Phosphonaten, hergestellt werden.

5 Als Ausgangsmaterialien für die Herstellung der anionen-
aktiven Emulgatoren D geeignete bevorzugte nicht-ionogene
Tenside sind Alkyl-, Acyl-, Aryl-, Alkylarylpolyglykol-
ether, die 10-20 C-Atome im Alkyl-, Acyl-, Aryl- oder
Alkylarylrest aufweisen und durch Alkoxylierung von in
10 der Tensidchemie üblichen Alkanolen, Carbonsäuren,
Phenolen oder Alkylphenolen mit Ethylenoxid und/oder
Propylenoxid entstehen. Bei diesen Ethylenoxid/Propylen-
oxid-Mischethern kann es sich um in der Tensidchemie
übliche Block-, Misch- oder Mischblockaddukte handeln.

15 Besonders bevorzugte anionenaktive Emulgatoren D sind
Phosphate, Sulfate und insbesondere Sulfonate auf Basis
von Sulfobernsteinsäure, die sich von C_{12} - C_{18} -Alkyl-
oder Octyl- oder Nonylphenylpolyethoxylaten ableiten,
die im Mittel mehr als 10 Ethylenoxideinheiten und
vorzugsweise mehr als 20 Ethylenoxideinheiten pro Mole-
20kül aufweisen, sowie deren Mischungen.

Bevorzugte Celluloseester E sind die Umsetzungspro-
dukte von Cellulose mit Essigsäureanhydrid und Butter-
säure- oder Propionsäureanhydrid, wobei noch freie
OH-Gruppen erhalten bleiben. Insbesondere sind die
25 Cellulosemischester der Essigsäure und Buttersäure
geeignet (Ullmann, Encyclopädie der Technischen Chemie,
Verlag Chemie, Weinheim, Bd. 9, S. 227).

Bevorzugte organische Lösungsmittel F sind solche Lösungsmittel, die bei Raumtemperatur mit Wasser in den Verhältnissen, die beim Herstellen der Disper-
sion durchlaufen werden, nicht einphasig mischbar
5 sind, also insbesondere Essigsäure- und Propionsäure-
C₁-C₅-alkylester, wie Methyl-, Ethyl-, Propyl-, Isopropyl-,
n-Butyl-, iso-Butyl-, sec-Butyl-, Amyl-, Methoxypropyl-,
3-Methoxybutylacetat bzw. -propionat. Eine Übersicht der
für diese Anwendung gebräuchlichen Lösungsmittel findet
10 sich in "Lacke und Lösungsmittel", Verlag Chemie, Wein-
heim 1979, S. 158 ff.

Weitere Hilfsmittel G sind beispielsweise Wasser, Ver-
laufshilfsmittel, Thixotropiermittel, wachsähnliche
Stoffe, wie Ethylen-Copolymerisate, Netzmittel, Verdicker,
15 Konservierungsmittel und Pigmente.

Das Dispergieren kann im Prinzip so erfolgen, daß
man aus den Komponenten A, B, C, E, F und G eine
Paste herstellt, die man dann in die den Emulgator D
enthaltende wäßrige Phase einbringt. In der Regel
20 wird man jedoch vorziehen, das Wasser in eine Mischung
bestehend aus den Komponenten A-F und gegebenenfalls G
einzurühren.

Nach einer besonders bevorzugten Ausführungsform wird
in einem Rührkessel ein ölfreier Polyester mit einer
25 OH-Zahl von 35 bis 70, 50-80 %ig in einem organischen
Lösungsmittel gelöst und mit einem Celluloseester, vor-
zugsweise Celluloseacetobutyrat, ca. 15-30 gew.-%ig in

11.08.83

3321180

15
- 13 -

- einem organischen Lösungsmittel gelöst, vereinigt. Des weiteren wird ein Aminoplastharz, ca. 60 gew.-%ig in Wasser, sowie der Emulgator, die Hilfsmittel sowie die Aluminiumbronze und das farbgebende Pigment zugefügt.
- 5 Nach weiterem Homogenisieren wird langsam Wasser zuge-
tropft. Dabei durchläuft die anfänglich vorliegende
Wasser-in-Öl-Emulsion den sogenannten Inversionspunkt
und bildet eine Öl-in-Wasser-Emulsion.
- 10 Bei der Herstellungsweise über die Paste und anschließen-
des Dispergieren ist gewährleistet, daß die Aluminium-
bronze homogen in den einzelnen Teilchen der dispersen
Phase verteilt ist.
- 15 Die Zweischicht-Metalleffekt-Lackierung kann bei Tem-
peraturen von 80 bis 180°C, vorzugsweise 110 bis 140°C
eingebrannt werden.

Beispiele

Die in den folgenden Beispielen genannten Teile sind Gewichtsteile, Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht.

5 Beispiel 1

20,96 Teile eines ölfreien Polyesters, hergestellt aus 27,23 Teilen Terephthalsäure, 24 Teilen Isophthalsäure, 41 Teilen Neopentylglykol, 8,7 Teilen Trimethylolpropan und 13 Teilen Adipinsäure mit einer OH-Zahl von 57 und einer Säurezahl von 4,80 %ig in 3-Methoxybutylacetat gelöst, wurde in einem Labor-dissolver mit einer Randgeschwindigkeit der Dissolver-scheibe von 3 m/sec mit 2 Teilen eines Emulgators (Natriumsalz des Phosphorsäureesters von Nonylphenol, 15 umgesetzt mit 20 Mol Ethylenoxid) homogenisiert. Anschließend wurden 2,1 Teile Celluloseacetobutyrat, in 8,4 Teilen Butylacetat gelöst, sowie 9 Teile eines wasserlöslichen Harnstoff/Formaldehyd-Harzes, in 9 Teilen Wasser gelöst, und 0,37 Teile eines Verdickungs- 20 mittels, in 1,3 Teilen Wasser gelöst, zugegeben. Nachdem diese Mischung zu einer homogenen Paste verrührt worden ist, wurde diese portionsweise mit 6 Teilen Aluminiumbronze versetzt und anschließend langsam mit 35,8 Teilen Wasser verarbeitet, bis ein wässriger 25 Dispersionslack mit einem Festkörpergehalt von 40,43 %, einem Gehalt von 13,6 % Lösungsmittel und einer Vis-

kosität entsprechend einer Auslaufzeit von 58 sec
(DIN 53 211, DIN-4-Becher) vorlag.

Vergleichsbeispiel 1

5 Es wurden 43,5 Teile einer 48,3 %igen wäßrigen Disper-
sion bestehend aus 72,1 % des ölfreien Polyesters aus
Beispiel 1 und 24 % Celluloseacetobutyrat sowie 3,9 %
eines Emulgators (Natriumsalz der Sulfonobernstein-
säure, verestert mit ethoxyliertem Nonylphenol mit
10 30 Mol Ethylenoxid) langsam mit 8 Teilen Aluminium-
bronze und 11 Teilen eines 50 %igen wäßrigen Harnstoff/
Formaldehyd-Harzes versetzt. Anschließend wurden 15
Teile eines Lösungsmittelgemisches, bestehend aus gleichen
Teilen Ethylglykol, Ethylglykolacetat, Methylglykol,
15 Methylglykolacetat sowie Diacetonalkohol, und 2 Teile des
Natriumsalzes des Phosphorsäureesters eines mit 20 Mol
Ethylenoxid umgesetzten Nonylphenols in einem Labordi-
ssolver versetzt. Anschließend wurden 31,5 Teile Wasser
zugefügt. Es resultierte ein wäßriger Dispersionslack
mit einem Festkörpergehalt von 28 %, einem Lösungsmittel-
20 anteil von 15 % und einer Viskosität entsprechend einer
Auslaufzeit von 12 sec (DIN 53 211, DIN-4-Becher).

Anwendung

25 Die wäßrigen Basislacke aus Beispiel 1 und Vergleichs-
beispiel 1 wurden auf einem mit einer kataphoretisch auf-
gebrachten Grundierung und nachfolgendem Füller beschich-
teten Stahlblech mit einer Spritzpistole im Abstand von
30-40 cm, bei einer Düsenbohrung von 1,4 mm und einem

Spritzdruck von 4,0 bar in einem Kreuzgang appliziert. Anschließend wurde 3 Minuten mit auf 60°C erwärmter Luft abgelüftet. Die erreichten Trockenschichtdicken betrugen 10-15 µm. Anschließend wurde auf den jeweiligen Basislack ein kommerzieller Polyacrylat-Lack aus 75 Teilen eines durch Polymerisation von 21 Teilen Styrol, 28 Teilen Butylacrylat, 21 Teilen Methylmethacrylat, 29 Teilen Hydroxypropylacrylat und 2 Teilen Acrylsäure hergestellten Polyacrylats mit einem mittleren Molekulargewicht \bar{M}_n von 2000, einer OH-Zahl von 135 und einer Säurezahl von 20, gelöst in Xylol/Butylacetat (1:1 Gewichtsteile) und 25 Teilen eines handelsüblichen, wasserunlöslichen teilweise Isobutanol-veretherten Melaminharzes aufgebracht und bei 130°C/30 min. eingebrannt.

Beispiel 2

Die Herstellung eines wäßrigen Basislacks wurde analog Beispiel 1 unter Mitverwendung farbgebender Pigmente wiederholt:

Zusammensetzung: 21 Teile ölfreier Polyester, in 9 Teilen Butylacetat gelöst,
5 Teile Butylacetat,
2 Teile Emulgator wie in Beispiel 1,
5,6 Teile Harnstoffharz, in 5,6 Teilen Wasser gelöst,
0,1 Teil Pigmentverteiler, in 0,4 Teilen Wasser gelöst,

- 5 0,375 Teile Verdickungsmittel, in 1,125 Teilen
 Wasser gelöst,
 0,2 Teile Konservierungsmittel
 2 Teile Aluminiumbronze und
 5 Teile Pigment.

10 Die aufgeführten Lackbestandteile wurden, wie in Bei-
spiel 1 beschrieben, zu einer viskosen, gut rührbaren
Paste verarbeitet und anschließend unter Zugabe von
42,6 Teilen Wasser in eine wäßrige Dispersion über-
führt. Es resultierte eine Dispersion mit einem Fest-
körpergehalt von 36,2 %, einem Lösungsmittelgehalt von
14,0 % und einer Viskosität entsprechend einer Aus-
laufzeit von 22 sec. (DIN 53 211, DIN Becher 4). An-
schließend wurde sie, wie oben beschrieben, zu einer
15 2-Schicht-Metalleffekt-Lackierung verarbeitet.

Beispiel 3

Die Herstellung eines wäßrigen Basislacks gemäß Bei-
spiel 1 wurde wiederholt mit dem Unterschied, daß kein
Celluloseacetobutyrat mitverwendet wurde.

- 20 Aus 21,04 Teilen ölfreien Polyester, in 5,26 Teilen
 Butylacetat gelöst,
 2,0 Teilen Emulgator wie in Beispiel 1,
 5,6 Teilen Harnstoffharz, in 5,6 Teilen Wasser
 gelöst,
25 0,375 Teilen Verdicker, in 1,125 Teilen Wasser,
 6 Teilen Aluminiumbronze und
 8,5 Teilen 3-Methoxybutylacetat

11-08-83

3321180

20
- 18 -

5 wurde eine viskose, gut rührbare Paste hergestellt und mit 44,5 Teilen Wasser in eine wäßrige Dispersion mit einem Festkörpergehalt von 35,1 %, einem Gehalt von 13,8 % organisches Lösungsmittel und einer Viskosität entsprechend einer Auslaufzeit von 24 sec. (DIN 53 211, DIN-4-Becher) überführt.

1.05.83

21
- 49 -

3321180

Beispiel 1 Vergleich 1 Beispiel 2 Beispiel 3

Gardner-Glanz)	ohne Belastung	88	87	88	89
(20°-Winkel)	nach 1000 h Wheatherometer	86	87	87	87
nach DIN 67 530)	nach 2000 h Wheatherometer	83	81	83	84
Rißbildung nach 2000 h Wheatherometer		O.B.	O.B.	O.B.	O.B.
Haftung (Gitterschnitt) ohne Belastung		0-1	4	0	0
Prüfung nach DIN 53 151) nach 1000 h Wheatherometer		0-1	4	0-1	0-1
nach 2000 h Wheatherometer		0-1	4	0-1	0-1

Die Gitterschnittprüfung ergibt ein Maß für die Zwischenschichthftung.